



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 229 723 A5

4(51) D 01 D 5/06
D 01 F 6/16

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP D 01 D / 273 483 2
(31) P3406910.0(22) 22.02.85
(32) 25.02.84(44) 13.11.85
(33) DE(71) siehe (73)
(72) Huber, Bernd, Dr.-Chem.; Fester, Walter, Dr.-Chem., DE
(73) Hoechst AG, 6230 Frankfurt am Main 80, DE

(54) Monofile und Borsten aus Polymerisaten des Acrylnitrils

(57) Die Monofile und Borsten, die zumindest aus 90 Gew.-% Acrylnitrilbausteinen bestehen und Titer von mehr als 2,5 tex aufweisen, besitzen eine relative Lösungsviskosität von 1,7 bis 6,0, eine Reißfestigkeit von wenigstens 20 cN/tex und einen Anfangsmodul von mehr als 700 cN/tex. Das Herstellungsverfahren zeichnet sich durch eine Naßver Streckung der gesponnenen Filamente um wenigstens 1:4, Trocknen unter Spannung und eine anschließende Heißver Streckung von wenigstens 1:2 aus, wobei die Gesamtver Streckung wenigstens 1:8, vorzugsweise 1:10 bis 1:20 beträgt. Die erfindungsgemäßen Monofile und Borsten eignen sich insbesondere zur Herstellung filamentverstärkter Verbundwerkstoffe.



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 229 723 A5

4(51) D 01 D 5/06
D 01 F 6/16

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP D 01 D / 273 483 2
(31) P3406910.0(22) 22.02.85
(32) 25.02.84(44) 13.11.85
(33) DE(71) siehe (73)
(72) Huber, Bernd, Dr.-Chem.; Fester, Walter, Dr.-Chem., DE
(73) Hoechst AG, 6230 Frankfurt am Main 80, DE

(54) Monofile und Borsten aus Polymerisaten des Acrylnitrils

(57) Die Monofile und Borsten, die zumindest aus 90 Gew.-% Acrylnitrilbausteinen bestehen und Titer von mehr als 2,5 tex aufweisen, besitzen eine relative Lösungsviskosität von 1,7 bis 6,0, eine Reißfestigkeit von wenigstens 20 cN/tex und einen Anfangsmodul von mehr als 700 cN/tex. Das Herstellungsverfahren zeichnet sich durch eine Naßver Streckung der gesponnenen Filamente um wenigstens 1:4, Trocknen unter Spannung und eine anschließende Heißver Streckung von wenigstens 1:2 aus, wobei die Gesamtver Streckung wenigstens 1:8, vorzugsweise 1:10 bis 1:20 beträgt. Die erfindungsgemäßen Monofile und Borsten eignen sich insbesondere zur Herstellung filamentverstärkter Verbundwerkstoffe.

ISSN 0433-6461

6 Seiten

Zur PS Nr. *229 723*

ist eine Zeitschrift erschienen.

(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs.1 d.Änd.Ges.z.Pat.Ges.)

Erfindungsansprüche:

1. Monofile und Borsten aus Homo- oder Copolymerisaten des Acrylnitrils, die zumindest aus 90 Gew.-% Acrylnitrilbausteinen bestehen und einen Titer von mehr als 2,5 tex aufweisen, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Polymerisat eine relative Viskosität, gemessen als Lösung von 0,5 g in 100 ml Dimethylformamid bei 90°C, von 1,7 bis 6,0 und die Monofile und Borsten eine Reißfestigkeit von wenigstens 20 cN/tex und einen Anfangsmodul, bezogen auf 100% Dehnung, von mehr als 700 cN/tex aufweisen.
2. Monofile und Borsten nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Titer der Monofile und Borsten bei Werten über 2,5 bis etwa 30 tex liegt.
3. Monofile und Borsten nach Punkt 1 oder 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß die relative Viskosität des Acrylnitrilpolymerisats zwischen 2,5 und 3,5 liegt.
4. Monofile und Borsten nach einem der vorhergehenden Punkte, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Anfangsmodul 800 bis 1800, vorzugsweise 1000 bis 1800 cN/tex beträgt.
5. Monofile und Borsten nach einem der vorhergehenden Punkte, **gekennzeichnet dadurch**, daß die fadenbildende Substanz wenigstens zu 99 Gew.-% aus Acrylnitrilbausteinen besteht.
6. Verfahren zur Herstellung von Monofilamenten und Borsten nach einem der vorhergehenden Punkte durch Herstellen einer Spinnlösung des Polymers in einem aprotischen Lösungsmittel, Verspinnen in ein Fällbad, Naßverstrecken der erhaltenen Filamente und anschließende Trocknung, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Filamente vor, während oder nach der Wäsche wenigstens im Verhältnis 1:4 verstreckt werden, unter Spannung, gegebenenfalls jedoch unter Zulassung von geringem Schrumpf getrocknet und anschließend wenigstens einer Heißver Streckung bei Temperaturen über 120°C bei einem Streckverhältnis von wenigstens 1:2 unterworfen werden, wobei die effektive Gesamtver Streckung wenigstens 1:8, vorzugsweise 1:10 bis 1:20 beträgt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft Monofile und Borsten aus Homo- oder Copolymerisaten des Acrylnitrils, beispielsweise aus Polyacrylnitril oder Polyacrylnitrilcopolymeren, die zum überwiegenden Teil Acrylnitrilbausteinen aufgebaut sind und deren Titer höher als 2,5 tex, deren Festigkeit größer als 20 cN/tex und deren Anfangsmodul größer als 700 cN/tex — bezogen auf 100% Dehnung — ist.

Die Erfindung betrifft weiterhin Verfahren zur Herstellung solcher Monofile und Borsten.

Die erfindungsgemäßen Monofile und Borsten werden angewandt für technische Einsatzgebiete, wie z. B. zur Herstellung filamentverstärkter Verbundwerkstoffe. Beispielsweise werden erfindungsgemäße Monofile und Borsten Betonmischungen zugesetzt, bei der Herstellung von Betonteilen, Spritzbeton, Mörtel und verschiedenen Putzsorten.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bei der vorliegenden Erfindung wurden die geformten Erzeugnisse bei endlosem Material als Monofile und bei kurzgeschnittenem Material als Borsten bezeichnet, um zu verdeutlichen, daß es sich nicht um textile Fäden oder Fasern im üblichen Sinne handelt, sondern um Gebilde mit Durchmessern über 0,05 bis ca. 0,2 mm, entsprechend einem Einzeltiter von mehr als 2,5 tex bis etwa 30 tex. Erfindungsgemäß ist es nicht erforderlich, daß die Monofile aus Düsen mit nur einem Düsenloch ersponnen worden sind. Herstellungsverfahren für Borsten und Monofile sind weitgehend gleich, es soll daher nachfolgend zur Vereinfachung von Filamenten gesprochen werden, sofern sowohl Monofile als auch Borsten gemeint sein können. In der DE-OS 3027844 werden Hochmodulfäden und -fasern aus Polyacrylnitril beschrieben, deren Anfangsmodul höher als 1300 cN/tex ist. Die in den Beispielen dieser Vorliteratur beschriebenen Titer liegen zwischen 1,7 und 3,6 dtex. Der im Text angegebene Titerbereich von etwa 1,5 bis 15 dtex schränkt den Titerbereich auf den üblichen Bereich textiler Spinnfäden und -fasern ein, der üblicherweise bei einem Einzeltiter von 15 dtex in einigen Fällen bis 20 dtex und ausnahmsweise bis zu 25 dtex reicht. Dieser Vorliteratur kann nichts entnommen werden, daß den Fachmann veranlaßt hätte, den Titerbereich deutlich zu überschreiten und das Gebiet der textilen Spinnfasern und -fäden zu verlassen.

Das Ausspinnen derartig grobtitiger Filamente ist mit einer Reihe von Schwierigkeiten verbunden. So wird beispielsweise in der DE-PS 2658179 ein Verfahren beschrieben, bei dem Filamente mit Einzeltitern von 2 bis 8 tex durch ein spezielles Trockenspinnen erzeugt werden können. Die dabei erhaltenen Filamente weisen jedoch nur Festigkeiten von 15 bis 17 cN/tex auf. Sie konnten nur 1:2,5fach verstreckt werden, die Reißdehnung lag sehr hoch (z. B. 97%).

Als Einsatzgebiete für derartig geformte Gebilde werden die Herstellung von synthetischen Haaren sowie Grannenhaaren für Pelzimitationen genannt. Dieser Vorliteratur kann nichts entnommen werden, daß auf die Herstellung von Hochmodulfilamenten gerichtet ist.

Die Herstellung von Filamenten, die natürlichem Menschenhaar möglichst ähnlich sind, ist auch Gegenstand der DE-OS 2434488. Nach der Lehre dieser Vorliteratur werden Filamente im Titerbereich von 2 bis 7 tex durch ein Naßspinnprozeß hergestellt. Die Gesamtver Streckung von 1:6 erfolgt 2stufig im nassen Zustand. Den Beispielen dieser Vorliteratur können keine textilphysikalischen Werte der erzeugten Filamente entnommen werden. Eine Nacharbeitung hat jedoch ergeben, daß mit dem Verfahren gemäß DE-OS 2434488 bestenfalls Filamente erzeugt werden können, die einen Anfangsmodul unter 600 cN/tex aufweisen. Wie nachstehend in dem Vergleichsbeispiel noch ausführlich geschildert, war es nicht möglich, den angegebenen Endtiter der Filamente zu erreichen ohne gleichzeitig einen erheblichen Schrumpf beim Trocknungsvorgang zuzulassen. Durch eine derartige Schrumpfung wird allgemein die Reißfestigkeit von Filamenten herabgesetzt, die Reißdehnung erhöht und vor allem der Anfangsmodul erniedrigt.

Es bestand also immer noch die Aufgabe, Monofile und Borsten aus Acrylnitrilpolymerisaten zu erzeugen, die sich durch eine gute Reißfestigkeit und insbesondere durch einen hohen Anfangsmodul auszeichnen. Es mußte ein Herstellungsverfahren gefunden werden, durch das derartige Filamente erzeugt werden können.

Textile Fasern und Fäden aus Polymeren mit hohem Gehalt an Acrylnitrileinheiten werden üblicherweise nach einem Lösungsspinnverfahren hergestellt. Beim Spinnprozeß muß das Lösungsmittel, das üblicherweise mehr als 70% des aus der Düse austretenden Fadens ausmacht, entfernt und das fadenbildende Polymer zu einem kompakten Faden verdichtet werden. Die Entfernung des Lösungsmittels und die Herstellung eines kompakten Fadens sind um so schwieriger zu lösen, je dicker der Durchmesser des ersponnenen Filaments ist.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung von Monofilen und Borsten für die Anwendung in technischen Einsatzgebieten, wie z. B. zur Herstellung filamentverstärkter Verbundwerkstoffe, die sich durch eine hohe Reißfestigkeit und einen hohen Anfangsmodul auszeichnen und einen großen Fadendurchmesser aufweisen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von Monofilen und Borsten mit den gewünschten Eigenschaften zur Verfügung zu stellen, das auf bekannten Spinn- und Nachbehandlungsmaschinen für Polyacrylnitrilmonofilamente und Borsten ausgeführt werden kann.

Überraschend wurde gefunden, daß es möglich ist, Monofile und Borsten aus Homo- oder Copolymerisaten des Acrylnitrils nach einem Lösungsspinnverfahren und eine anschließende Verspinnung in ein Koagulationsbad herzustellen, wobei die dabei erhaltenen Filamente sich bei einem groben Titer über 2,5 tex durch einen hohen Anfangsmodul auszeichnen. Bekannt ist, daß der Anfangsmodul als Maß für die Kraftaufnahme eines Filaments bei niedriger Verdehnung viel empfindlicher auf Störstellen in der Filamentstruktur anspricht als beispielsweise die Reißfestigkeit. Trotzdem gelang es, derartige Filamente mit Anfangsmoduli von z. B. 1500 oder 1700 cN/tex zu erzeugen. Überraschend war auch die hohe Verstreckbarkeit der aus einer Lösung ersponnenen grobtitrigen Filamente. So konnte beispielsweise ein aus der Düse abgezogenes Filament mit einem berechneten Titer von 215 tex (bezogen auf die fadenbildende Substanz) — bzw. 1200 tex, bezogen auf die eingesetzte Spinnmasse — insgesamt auf das 16,7fache zu einem Endtiter von 12,9 tex verstreckt werden.

Gegenstand der Erfindung sind daher Monofile und Borsten aus Homo- oder Copolymerisaten des Acrylnitrils, die zumindest aus 90 Gew.-% Acrylnitrilbausteinen bestehen und einen Titer von mehr als 2,5 tex aufweisen. Diese Filamente sind dadurch charakterisiert, daß sie eine Reißfestigkeit von wenigstens 20 cN/tex vorzugsweise mehr als 23 cN/tex und einen Anfangsmodul, bezogen auf 100% Dehnung, von mehr als 700 cN/tex aufweisen. Das dafür benötigte Polymerisat sollte dabei eine relative Viskosität, gemessen als Lösung von 0,5g in 100 ml Dimethylformamid bei 20°C von 1,7 bis 6,0 aufweisen. Vorzugsweise zeigen die Filamente gemäß der Erfindung einen Titer von mehr als 2,5 bis etwa 30 tex. Dies entspricht rechnerisch, unter Annahme eines kreisrunden Querschnittes, Durchmesserwerten von ca. 0,052 bis 0,180 mm. Weitere Merkmale, die Gegenstand der Unteransprüche sind, sollen nachfolgend im Zusammenhang mit Verwendungsmöglichkeiten derartiger Monofile und Borsten im einzelnen diskutiert werden.

Die erfindungsgemäßen Monofile und Borsten eignen sich insbesondere zur Herstellung filamentverstärkter Verbundwerkstoffe. Gegenüber dem Einsatz von Fasern und Fäden aus dem textilen Bereich, d. h. mit Titern unter 25 im allgemeinen unter 15 dtex, können die erfindungsgemäßen Filamente und insbesondere die erfindungsgemäßen Borsten viel einfacher, homogener und in höherer Konzentration den zu verstärkenden Materialien eingemischt werden. Die so hergestellten Mischungen zeichnen sich beispielsweise durch niedrigere Viskosität und besseres Fließverhalten aus. Die bevorzugten Titer und Schnittlängen der erfindungsgemäßen Filamente hängen sehr stark von dem geplanten Einsatzgebiet und der benötigten Einsatzmenge im Verbundwerkstoff ab. So führt beispielsweise der Einsatz von Borsten mit Titern von 8 bis 20 tex in Betonmischungen zu einer erheblichen Verminderung der Rißbildung der ausgehärteten Betonteile, er erhöht die Elastizität, reduziert die Sprödigkeit und steigert die Bruchenergie beträchtlich. Ähnliche Vorteile können bei mit erfindungsgemäßen Borsten verstärkten Spritzbeton, Mörtel sowie den verschiedensten Putzsorten beobachtet werden.

Bei Kunststoffen (z. B. Polypropylen) erbringen Borsten im Titerbereich von 3 bis 10 tex besonders gute Verstärkungsergebnisse. So bleibt beispielsweise eine erhöhte Schlagzähigkeit — im Gegensatz zu den Ergebnissen bei Einsatz von Glasfasern — auch bei tiefen Temperaturen erhalten. Der gleiche Titerbereich führt z. B. bei Einsatz in Dichtungsmassen auf Basis Polymerbitumen zu besonders hoher Formbeständigkeit.

Der optimale Titer der Borsten wird von der eingesetzten Borstenmenge, der Beimischtechnik und bei Feststoffen von der Korngrößenverteilung des zu verstärkenden Guts ganz wesentlich beeinflußt. Die Festigkeiten der erfindungsgemäßen Filamente liegen dabei in jedem Fall über 20 cN/tex und bevorzugt im Bereich von 25 bis 60 cN/tex. Die Anfangsmoduli der erfindungsgemäßen Filamente müssen über 700, vorzugsweise über 800, bevorzugt zwischen 1000 und 1800 cN/tex liegen. Bewährt haben sich Schnittlängen von z. B. 0,5 bis 30 mm, in anderen Einsatzgebieten der Borsten Schnittlängen von 100 bis 150 mm. Die geringen Schnittlängen der Borsten in der Gegend von 1 bis 2 mm oder darunter sollten vorzugsweise in Mischung mit Filamenten mit längerer Schnittlänge eingesetzt werden. Durch die kurzen Schnittlängen kann jedoch das rheologische Verhalten beispielsweise von Bauklebern und Fliesenklebern grundlegend verbessert werden.

Werden die Monofile bzw. Borsten gemäß der Erfindung in alkalischen oder aggressiven Medien eingesetzt, die eine mögliche Beeinflussung des Filamentrohstoffes erwarten lassen, ist der Einsatz eines höhermolekularen Polymerisats, das vorzugsweise über 99 Gew.-% aus Acrylnitrilbausteinen aufgebaut ist, von Vorteil, da die daraus hergestellten Filamente wesentliche resistenter gegen aggressive Medien sind als entsprechende Filamente aus Rohstoffen mit höherem Copolymeranteil.

Der Erfindung liegt ebenfalls ein Verfahren zur Herstellung der Monofile bzw. Borsten durch einen Naßspinnprozeß zugrunde, bei dem neben einer Naßverstreckung eine Heißverstreckung nach dem Trocknen vorgenommen werden muß. Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch charakterisiert, daß die Filamente vor, während oder nach der Wäsche wenigstens im Verhältnis 1:4 verstreckt werden, unter Spannung, gegebenenfalls jedoch unter Zulassung von geringem Schrumpfung, getrocknet und anschließend wenigstens einer Heißverstreckung bei Temperaturen von wenigstens 120°C und einem Streckverhältnis von wenigstens 1:2 unterworfen werden. Die effektive Gesamtverstreckung der Fäden soll wenigstens 1:8 vorzugsweise 1:10 bis 1:20 betragen. Die Heißverstreckung ist bevorzugt eine Verstreckung im trockenheißen Zustand, wobei die benötigte Wärmemenge durch Kontakt von Flächenheizkörpern oder heißen Walzen übertragen wird.

Als Polymerrohstoffe können die nach dem üblichen Verfahren hergestellten Fällungs- oder Lösungspolymerisate eingesetzt werden. Je nach den Anforderungen für die Einsatzgebiete können sowohl Homo- als auch Copolymerisate des Acrylnitrils Verwendung finden. Bei den eingesetzten Monomeren sollte auf eine möglichst hohe Reinheit geachtet werden. Als Comonomere eignen sich alle mit Acrylnitril copolymerisierbaren ungesättigten Verbindungen, von denen hier beispielsweise die folgenden genannt werden sollen:

Acrylamid, Acrylsäure und deren Ester, Methacrylnitril, Methacrylamid, Methacrylsäure und deren Ester und entsprechende an der Methylgruppe substituierte Verbindungen, Vinylester und -äther wie Vinylacetat, Vinylstearat, Vinylbutyläther, Halogenessigsäurevinylester wie Bromessigsäurevinylester, Dichloressigsäurevinylester, Trichloressigsäurevinylester, Styrol, Maleinimid, Vinylhalogenide wie z. B. Vinylchlorid, Vinyllylidenchlorid, Vinylbromid sowie Sulfonatgruppen tragende ungesättigte Verbindungen usw.

Einsetzbar sind Polymere, deren relative Lösungsviskositäten gemessen als 0,5%ige Dimethylformamidlösungen bei 20°C im Bereich von 1,7 bis 6,0 liegen. In der Regel führen Polymere mit höherem Molekulargewicht zu Filamenten mit besseren physikalischen Eigenschaften. Zu ihrer Herstellung muß aber eine erheblich größere Lösungsmittelmenge eingesetzt und zurückgewonnen werden, wodurch die Herstellkosten derartiger Filamente erheblich erhöht werden. Gute Ergebnisse unter wirtschaftlichen Bedingungen werden mit Polymeren erzielt, die in einem Viskositätsbereich von etwa 1,85 bis 3,5 liegen, besonders gute Ergebnisse liefern Polymere im Viskositätsbereich zwischen 2,5 und 3,5.

Bei der Herstellung der Spinnlösungen sind die Lösebedingungen so zu wählen, daß möglichst homogene, gelteilchenfreie Spinnlösungen erhalten werden. Zur Überprüfung der Spinnlösungsqualität sind insbesondere Streulichtmessungen unter Einsatz eines Lasers als Lichtquelle geeignet. Nur einwandfreie Spinnlösungen, die sehr geringe Streulichtwerte zeigen, ermöglichen die erfindungsgemäß benötigten hohen Verstreckungen. Die Spinnlösungen können sowohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich angesetzt werden. In die Spinnlösungen können anorganische oder organische Zusätze eingearbeitet werden, wie z. B. Mattierungsmittel, Stabilisatoren, Flammenschutzadditive usw. Auch Zusätze wie z. B. CaCO_3 oder SiO_2 in Konzentration von 1 bis 20%, die die Oberflächenstruktur beeinflussen, sind geeignet.

Das erfindungsgemäße Spinnverfahren zeichnet sich durch eine hohe effektive Gesamtverstreckung von mindestens 1:8 aus. Bei der Bestimmung der effektiven Gesamtverstreckung werden nur die Naßverstreckung vor, während oder nach des Waschprozesses und die Heißverstreckung berücksichtigt, dagegen ein Schrumpfen der Filamente in Abzug gebracht. In die Werte der Gesamtverstreckung wird der sogenannte Düsenverzug nicht mit aufgenommen; die frischen Spinnfilamente, die nach einem Naßspinnprozeß anfallen, werden vielmehr als unverstrecktes Material gewertet. Die effektive Gesamtverstreckung soll nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wenigstens 1:8 betragen. Bevorzugt sind effektive Gesamtverstreckungsverhältnisse von 1:10 bis 1:20. Das erfindungsgemäße Verfahren kann auf herkömmlichen Filamentspinnanlagen durchgeführt werden.

Die geforderte effektive Gesamtverstreckung erfolgt in mehreren Stufen, zunächst werden die Spinnfilamente vor, während oder nach dem Auswaschen den Restgehaltes an Lösungsmittel in einem oder stufenweise in mehreren heißen Bädern wenigstens im Verhältnis 1:4 naßverstreckt. Die Temperatur der Streckbadmedien, die in der Regel aus Mischungen aus Wasser und dem eingesetzten aprotischen Lösungsmittel bestehen, sollte möglichst hoch gehalten werden. Bevorzugt werden Temperaturen wenig unterhalb des Siedepunktes der Badflüssigkeit. Möglich sind aber auch Bäder, die andere Streckbadmedien enthalten, z. B. Glykol oder Glycerin gegebenenfalls auch in Mischungen mit dem Polymerlösungsmittel, bei denen auch Strecktemperaturen oberhalb von 100°C gewählt werden können.

Nach dem Strecken und Auswaschen des Restlösungsmittelgehaltes werden die Filamente in einem Präparationsbad präpariert und in üblicher Weise danach durch die Einwirkung von rotierenden Preßwalzenpaaren möglichst weitgehend von anhaftendem Wasser befreit. Die im Präparationsbad aufgebrachte Präparation kann das Streckverhalten der Filamente beeinflussen. Es sollte daher aus bekannten Präparationsmischungen diejenige ausgewählt werden, die eine möglichst geringe Faden-Reibung zeigt.

Im Anschluß an die Präparationen werden die erhaltenen Filamente unter Spannung auf heißen Walzen getrocknet. Beim Trocknen kann ein geringer Schrumpf, der sich oft für die nachfolgende Verstreckung als günstig erweist, zugelassen werden; bei der Einstellung des Schrumpfes muß aber darauf geachtet werden, daß die Kabel immer unter Spannung über die Trockenwalzen laufen. Die Temperaturen der Walzen sollten so gewählt werden, daß das Kabel den Trockner mit einer sehr geringen Restfeuchte von möglichst weniger als 1% verläßt. Besonders günstig haben sich Temperaturen der Trockenwalzen von 140 bis 240°C herausgestellt, dies schließt jedoch nicht die Anwendung höherer oder niedrigerer Temperaturen aus. Ebenso kann auf den Walzen mit abgestuften Temperaturen getrocknet werden.

Nach dem Trocknen wird das Spinnkabel unter Anwendung von trockener Hitze noch einmal mindestens auf das 2fache seiner Länge verstreckt. Diese Verstreckung kann ebenfalls in einer oder mehreren Stufen erfolgen. Das Aufheizen des Kabels kann nach den in der Technik üblichen Verfahren, z. B. durch das Umlaufen heißer Walzen, durch Kontakt über heiße Platten, in einem Heißluftkanal oder auch durch Strahlung, insbesondere Infrarotstrahlung, erfolgen. Auch eine stufenweise Verstreckung, bei der verschiedene Aufheizverfahren Anwendung finden, kann angewandt werden. Besonders vorteilhaft sind solche Kombinationen immer dann, wenn bei der ersten Streckstufe von oder zwischen heißen Walzen verstreckt und in der zweiten Stufe eins der drei anderen beschriebenen Verfahren angewandt wird. Die Verstrecktemperaturen werden von der Art des eingesetzten Polymers und zum Teil von der vorhergehenden Verstreckung und den Trocknungsbedingungen beeinflusst. Geeignet sind im allgemeinen Trocknungstemperaturen im Bereich von etwa 120 bis 250°C.

Nach der Verstreckung werden die Filamente in üblicher Weise abgekühlt und nach bekannten Verfahren entweder zu Endlosmaterial aufgespult oder zu Borsten mit der gewünschten Schnittlänge geschnitten. Falls es das Einsatzgebiet erfordert, kann vor oder nach dem Schneiden noch eine spezielle Präparation, z. B. die Verteilbarkeit oder die Haftung in einem Verbundwerkstoff verbessert, auf die Monofilamente bzw. Borsten aufgebracht werden.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einigen Beispielen näher erläutert. Sofern nicht anders angegeben, beziehen sich Angaben über Prozente und Teile auf Gewichtseinheiten.

Beispiel 1

Eine 19%ige Lösung eines Polymeren aus 99,3 % Acrylnitril und 0,7 % Acrylsäuremethylester der relativen Viskosität (gemessen als Lösung von 0,5g in 100 ml Dimethylformamid bei 20°C), von 3,0 wurde durch eine Düse mit 1000 Loch, Lochdurchmesser 0,12 mm in ein Fällbad mit 43,8 % Dimethylformamid (DMF) und 56,2 % Wasser bei 40°C gedrückt, mit 6,3 m/min senkrecht nach oben von der Düse abgezogen, anschließend in zwei Bädern mit 33 % DMF und 67 % Wasser bei Siedetemperatur auf 29 m/min verstreckt, mit heißem Wasser im Gegenstrom gewaschen, wobei ein Schrumpf auf 27 m/min zugelassen wurde, anschließend aviviert und auf heißen Trommeln bei 170°C, 190°C und kurzzeitig 230°C getrocknet, auf 180°C abgekühlt und über beheizten Platten bei 180°C auf 74 m/min verstreckt. Die effektive Gesamtverstreckung betrug 1:11,7. Die erhaltenen Filamente wiesen folgende Eigenschaften auf:

Einzeliter:	2,6 tex
Reißfestigkeit:	45 cN/tex
Reißdehnung:	7,5 %
Anfangsmodul:	1 515 cN/tex

Die Meßwerte wurden mit einem Instron — Zugprüfgerät, Modell 1122 aufgenommen. Die Einspannlänge betrug 200 mm, die Verdehnung erfolgte mit einer Geschwindigkeit von 100 % der Einspannlänge pro Minute. Der Anfangsmodul wurde im Verdehnungsbereich 0,1–0,3 % bestimmt.

Beispiel 2

Eine Spinnmasse, wie in Beispiel 1 beschrieben, wurde durch eine Düse mit 500 Loch, Lochdurchmesser 0,15 mm, in ein Fällbad aus 43 % DMF und 57 % Wasser bei 34°C gedrückt. Die erhaltene Fädenschar wurde mit 6,3 m/min senkrecht von der Düse abgezogen, in zwei hintereinanderliegenden Wannen, die mit einer Mischung aus 40 % DMF und 60 % Wasser gefüllt waren, bei Siedetemperatur auf 27 m/min verstreckt, in heißem Wasser im Gegenstrom gewaschen, aviviert, bei 170, 190 und kurzzeitig 230°C getrocknet um dann zunächst bei 180°C auf 40 m/min und anschließend über heiße Platten bei 180°C auf 78 m/min verstreckt zu werden. Die effektive Gesamtverstreckung betrug 1:12,4. Die erhaltenen Filamente zeigten folgende Eigenschaften:

Titer:	4,96 tex
Reißfestigkeit:	41 cN/tex
Reißdehnung:	7,0 %
Anfangsmodul:	1 445 cN/tex

Beispiel 3

Eine 18%ige Spinnmasse eines Polymers entsprechend Beispiel 1 wurde durch eine Düse mit 10 Loch, Lochdurchmesser 0,3 mm in ein Fällbad aus 40 % DMF und 60 % Wasser bei 39°C gedrückt. Die Filamente wurden mit 4,5 m/min von der Düse abgezogen, in zwei Bädern mit 60 % DMF und 40 % Wasser bei 95°C auf 22,5 m/min verstreckt, in heißem Wasser gewaschen und nach Durchlaufen eines Avivagebades auf 2 Duos bei Temperaturen von 150 und 190°C unter Spannung getrocknet. Mit einem dritten Duo, das auf 190°C aufgeheizt war, wurden die Filamente auf 42 m/min verstreckt und von diesem Duo dann mit 67,0 m/min abgezogen. Die Gesamtverstreckung betrug 1:14,9.

Die Filamente zeigten folgende Eigenschaften:

Titer:	6,5 tex
Reißfestigkeit:	49 cN/tex
Reißdehnung:	6,1 %
Anfangsmodul:	1 656 cN/tex

Beispiel 4

Eine Spinnmasse, wie in Beispiel 3 beschrieben, wurde durch eine Düse mit 10 Loch, Lochdurchmesser 0,5 mm in ein Fällbad, bestehend aus 38 % DMF und 62 % Wasser bei 30°C gedrückt, mit 4,5 m/min abgezogen und nachfolgend in zwei Wannen mit 58 % DMF und 42 % Wasser bei 95°C auf 22,5 m/min verstreckt, mit heißem Wasser gewaschen, aviviert, auf 3 Duos bei 150, 160 und 180°C getrocknet, mit einem vierten Duo, das auf 190°C aufgeheizt war, auf 32,2 m/min verstreckt und von diesem Duo mit 75 m/min abgezogen. Die Gesamtverstreckung betrug 1:16,7. Die so erhaltenen Fäden zeigten folgende Eigenschaften:

Titer:	12,9 tex
Reißfestigkeit:	38 cN/tex
Reißdehnung:	6,8 %
Anfangsmodul:	1 304 cN/tex

Beispiel 5

Eine Spinnmasse, wie in Beispiel 3 beschrieben, wurde unter den Bedingungen des Beispiels 4 versponnen, naßverstreckt, gewaschen und aviviert. Die Trocknung erfolgte auf 3 Duos von 150, 160 und 180°C Oberflächentemperatur. Das Kabel wurde mit einem auf 205°C aufgeheizten Duo auf 42 m/min verstreckt und von diesem Duo mit 59 m/min abgezogen (Gesamtverstreckung 1:13,1). Die erhaltenen Filamente wiesen folgende Werte auf:

Titer:	16,2 tex
Reißfestigkeit:	34 cN/tex
Reißdehnung:	8,3 %
Anfangsmodul:	1 162 cN/tex

Beispiel 6

Eine 26%ige Spinnmasse eines Polymers aus 93,5 Gew.-% Acrylnitril, 6% Acrylsäuremethylester und 0,5% Natriummethallylsulfonat, das eine relative Viskosität von 1,92 aufwies, wurde durch eine Düse mit 10 Loch, Lochdurchmesser 0,5 mm in ein Fällbad gedrückt, das aus 30% DMF und 70% Wasser bei 32°C bestand. Die Fäden wurden mit 3,5 m/min von der Düse abgezogen, in zwei nachfolgenden Bädern aus 60% DMF und 40% Wasser bei 95°C auf 22,6 m/min verstreckt, in heißem Wasser von 80°C gewaschen, aviviert und auf 4 Duos bei 135, 150, 165 und 170°C getrocknet. Die Geschwindigkeiten der einzelnen Duos betrugen: 22,5; 24,8; 24,5 und 22,5 m/min. Vom letzten Duo wurden die Fäden mit 48,0 m/min abgezogen, das bedeutet, daß die effektive Gesamtverstreckung 1:13,7 betrug. Die erhaltenen Filamente wiesen folgende Eigenschaften auf:

Titer:	19,1 tex
Reißfestigkeit:	24 cN/tex
Reißdehnung:	7,3 %
Anfangsmodul:	879 cN/tex

Beispiel 7 (Vergleich)

Dieses Beispiel stellt eine Nacharbeitung der wesentlichen Angaben des Beispiels 1 der DE-OS 2434488 dar. Eine 22%ige Lösung eines Polymers aus 93,6 Gew.-% Acrylnitril, 5,8 Gew.-% Acrylsäuremethylester und 0,6% Natriummethallylsulfonat in DMF wurde durch eine Düse mit 10 Loch, Lochdurchmesser 0,3 mm, Düsendurchmesser 20 mm in ein Fällbad aus 55% DMF und 45% Wasser bei 20°C gesponnen. Die Spritzgeschwindigkeit der Spinnmasse wurde auf 6,0 m/min eingestellt und die Fäden mit 4,8 m/min (Verzug: 0,8) von der Düse abgezogen. In einem Bad mit 50% DMF und 50% Wasser bei 90°C wurden die Filamente auf 24 m/min verstreckt, mit heißem Wasser im Gegenstrom gewaschen, in Wasser bei Kochtemperatur auf 28,8 m/min nachverstreckt, aviviert und ohne Zulassung von Schrumpfung getrocknet. Die effektive Gesamtverstreckung betrug, wie in dem zitierten Beispiel der Vorliteratur 1:6. Unter diesen Bedingungen wurden Filamente mit folgenden Eigenschaften gefunden:

Titer:	3,46 tex
Reißfestigkeit:	23 cN/tex
Reißdehnung:	13 %
Anfangsmodul:	583 cN/tex

Der Anfangsmodul wurde im Bereich von 0,3 bis 0,5% Dehnung bestimmt, da die Werte im Bereich 0,1 bis 0,3% niedriger lagen. Der Titerwert ergab sich aus den Einzelkapillarwerten gemittelt aus allen 10 Kapillaren. Es war auf diese Weise nicht möglich, einen Titer von 4 tex zu erreichen. Aus diesem Grunde wurde der Spinnversuch des Beispiels 7 wiederholt, jetzt aber die Fäden nach dem Trocknen bei 180°C mit 27,0 m/min aufgewickelt. Unter diesen Bedingungen ergaben sich die folgenden physikalischen Werte:

Titer:	3,65 tex
Reißfestigkeit:	22 cN/tex
Reißdehnung:	17 %
Anfangsmodul:	509 cN/tex

Auch hier wurde wieder der Anfangsmodul aus dem Bereich 0,3 bis 0,5% Dehnung ermittelt.

Auch bei dieser Variante war es noch nicht möglich, einen Titer von 4,0 tex zu erreichen. Es ist zu vermuten, daß in dem Verfahren gemäß Beispiel 1 der DE-OS 2434488 noch ein größerer Schrumpfung zugelassen wurde als oben angeführt. Das bedeutet aber, daß die Fäden dieses Beispiels 1 sicherlich auch eine noch niedrigere Reißfestigkeit aufwiesen und insbesondere der Anfangsmodul deutlich unter 500 cN/tex gelegen haben muß.